

2/3, DS, BA/1
 DIALOG(R) File 352: Derwent WPI
 (c) 2005 Thomson Derwent. All rts. reserv.

013588870

WPI Acc No: 2001-073077/200109

XRAM Acc No: C01-020751

Method of recycling a waste styrene resin material, by dissolving the waste in an organic solvent, removing impurities, and vacuum heating the solution to remove the volatile components and the organic solvent

Patent Assignee: SONY CORP (SONY)

Inventor: KAMEI M; MIYASHITA M; NOGUCHI T

Number of Countries: 028 Number of Patents: 006

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
EP 1057854	A2	20001206	EP 2000111407	A	20000526	200109 B
JP 2000334738	A	20001205	JP 99152931	A	19990531	200112
KR 2000077480	A	20001226	KR 200029178	A	20000530	200134
US 6500872	B1	20021231	US 2000583276	A	20000531	200305
EP 1057854	B1	20030827	EP 2000111407	A	20000526	200358
DE 60004728	E	20031002	DE 604728	A	20000526	200372
			EP 2000111407	A	20000526	

Priority Applications (No Type Date): JP 99152931 A 19990531

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

EP 1057854 A2 E 21 C08J-011/08
 Designated States (Regional): AL AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT
 LI LT LU LV MC MK NL PT RO SE SI

JP 2000334738 A 14 B29B-017/00

KR 2000077480 A B29B-017/00

US 6500872 B1 C08J-011/04

EP 1057854 B1 E C08J-011/08

Designated States (Regional): DE FR GB

DE 60004728 E C08J-011/08 Based on patent EP 1057854

Designated States (Regional): AL: AT: BE: CH: CY: DE: DK: ES: FI: FR: GB:
 GR: IE: IT: LI: LT: LU: LV: MC: MK: NL: PT: RO: SE: SI

Abstract (Basic): EP 1057854 A2

Abstract (Basic):

NOVELTY - A method of recycling a waste styrene resin material comprises dissolving the waste in an organic solvent boiling at below 200 degreesC; removing impurities; and vacuum heating the solution to remove the volatile components and the organic solvent to reduce the amount of residual solvent in the styrene resin to not larger than 0.4 wt. %.

DETAILED DESCRIPTION - A method of recycling a waste styrene resin material comprises:

(i) dissolving the waste in an organic solvent boiling at below 200 degreesC and having a solubility of not less than 15 wt. % at room temperature;

(ii) removing impurities; and

(iii) vacuum heating the solution to remove the volatile components and the organic solvent to reduce the amount of residual solvent in the styrene resin to not larger than 0.4 wt. % to recycle the resulting styrene resin as a regenerated styrene resin.

An INDEPENDENT CLAIM is also included for a method of recycling a waste styrene resin material doped with a combustion-retardant agent comprising (i); removing the combustion-retardant agent to give a residual amount of not larger than 1%; and (iii).

USE - The method allows recycling of a high-quality regenerated styrene resin from expanded styrene, styrene cabinets and waste styrene resin doped with a combustion-retardant agent.

ADVANTAGE - The amount of residual solvents in the regenerated resin is decreased and oxidation of the resin is prevented.

pp: 21 DwgNo 0/5

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-334738

(P2000-334738A)

(43) 公開日 平成12年12月5日 (2000.12.5)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード [*] (参考)
B 2 9 B 17/00	Z A B	B 2 9 B 17/00	Z A B 4 F 3 0 1
C 0 8 J 11/08		C 0 8 J 11/08	4 H 0 2 9
C 1 0 G 1/10		C 1 0 G 1/10	
// B 2 9 K 25:00			
105:26			

審査請求 未請求 請求項の数16 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願平11-152931

(22) 出願日 平成11年5月31日 (1999.5.31)

(71) 出願人 000002185

ソニー株式会社

東京都品川区北品川6丁目7番35号

(72) 発明者 野口 勉

東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニ

ー株式会社内

(72) 発明者 宮下 真由美

東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニ

ー株式会社内

(74) 代理人 100067736

弁理士 小池 晃 (外2名)

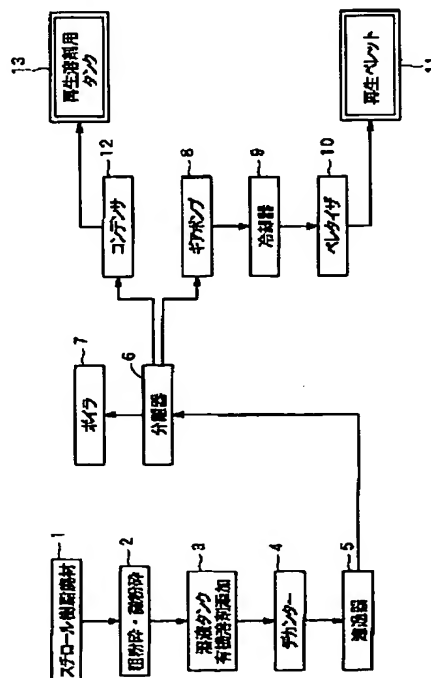
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 スチロール樹脂廃材のリサイクル方法

(57) 【要約】

【課題】 高品質な再生スチロール樹脂をリサイクルすることが可能なりサイクル方法を提供する。

【解決手段】 スチロール樹脂廃材を、常温において15重量%以上の溶解力を有し、かつ沸点が200℃未満である有機溶剤に溶解し、異物除去を施した後、真空加熱脱揮して有機溶剤を除去することによりスチロール樹脂中の残留溶剤量を0.4重量%以下とし、再生スチロール樹脂としてリサイクルする。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 スチロール樹脂廃材を、常温において 15 重量%以上の溶解を有し、かつ沸点が 200℃未満である有機溶剤に溶解してスチロール樹脂廃材溶解液を調製し、

上記スチロール樹脂廃材溶解液に異物除去処理を施し、上記異物除去処理を施したスチロール樹脂廃材溶解液を真空加熱脱揮して有機溶剤を除去することによりスチロール樹脂中の残留溶剤量を 0.4 重量%以下とし、再生スチロール樹脂としてリサイクルすることを特徴とするスチロール樹脂廃材のリサイクル方法。

【請求項 2】 上記有機溶剤は、ハロゲンを含まないことを特徴とする請求項 1 記載のスチロール樹脂廃材のリサイクル方法。

【請求項 3】 上記異物除去を施したスチロール樹脂廃材溶解液にヒンダードフェノール系酸化防止剤をスチロール樹脂廃材重量に対して 0.01～0.5 重量%添加し、260℃未満の加熱温度において真空加熱脱揮することを特徴とする請求項 1 記載のスチロール樹脂廃材のリサイクル方法。

【請求項 4】 上記ヒンダードフェノール系酸化防止剤は、20℃における蒸気圧が 10⁻⁷ Pa 以下であることを特徴とする請求項 2 記載のスチロール樹脂廃材のリサイクル方法。

【請求項 5】 上記有機溶剤は、d-リモネンを 95 体積%以上含むことを特徴とする請求項 1 記載のスチロール樹脂廃材のリサイクル方法

【請求項 6】 上記スチロール樹脂廃材が、発泡スチロール廃材であることを特徴とする請求項 1 記載のスチロール樹脂廃材のリサイクル方法。

【請求項 7】 上記スチロール樹脂廃材が、ハイインパクトスチロール廃材であることを特徴とする請求項 1 記載のスチロール樹脂廃材のリサイクル方法。

【請求項 8】 難燃剤入りスチロール樹脂廃材を、常温において 15 重量%以上の溶解力を有し、かつ沸点が 200℃未満である有機溶剤に溶解してスチロール樹脂廃材溶解液を調製し、

上記スチロール樹脂廃材溶解液に難燃剤の除去処理を施すことによりスチロール樹脂中の残留難燃剤量を 1%以下とし、

上記難燃剤の除去処理を施したスチロール樹脂廃材溶解液を、真空加熱脱揮して有機溶剤を除去することによりスチロール樹脂中の残留溶剤量を 0.4 重量%以下とし、再生スチロール樹脂としてリサイクルすることを特徴とする難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクル方法。

【請求項 9】 上記有機溶剤は、ハロゲンを含まないことを特徴とする請求項 1 記載のスチロール樹脂廃材のリサイクル方法。

【請求項 10】 上記スチロール樹脂廃材溶解液に低級アルコールを混合して、スチロール樹脂を沈殿させることによりスチロール樹脂中の残留難燃剤量を 1%以下とすることを特徴とする請求項 7 記載の難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクル方法。

【請求項 11】 上記低級アルコールは、沸点が 200℃未満であることを特徴とする請求項 8 記載の難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクル方法。

【請求項 12】 上記難燃剤の不溶解成分を、デカンテーションを用いて除去することを特徴とする請求項 7 記載の難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクル方法。

【請求項 13】 上記デカンテーションを用いて上記難燃剤の不溶解成分を除去したスチロール樹脂廃材溶解液に低級アルコールを混合して、スチロール樹脂を沈殿させることによりスチロール樹脂中の残留難燃剤量を 1%以下とすることを特徴とする請求項 10 記載の難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクル方法。

【請求項 14】 上記難燃剤の不溶解成分を、遠心分離機を用いて除去することを特徴とする請求項 7 記載の難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクル方法。

【請求項 15】 上記遠心分離器を用いて上記難燃剤の不溶解成分を除去したスチロール樹脂廃材溶解液に低級アルコールを混合して、スチロール樹脂を沈殿させることによりスチロール樹脂中の残留難燃剤量を 1%以下とすることを特徴とする請求項 12 記載の難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクル方法。

【請求項 16】 上記真空加熱脱揮は、260℃未満の加熱温度において行われることを特徴とする請求項 7 記載の難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクル方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、スチロール樹脂廃材（発泡スチロール、スチロールキャビネット等）及び難燃剤入りスチロール樹脂廃材（難燃剤入り発泡スチロール、難燃剤入りスチロールキャビネット等）から高品質な再生スチロール樹脂をリサイクルする方法に関する。

【0002】

【従来の技術】スチロール樹脂及び難燃剤入りスチロール樹脂は、各種電気機器のキャビネット材料や建材等として広く使用されており、さらには、その発泡体（発泡スチロール）も、各種梱包材料として多量に使用されている。

【0003】近年、環境保全や経済性等の観点から、これらの廃材を回収し、再利用することが検討されており、例えば発泡スチロールやスチロールキャビネット等を有機溶剤に溶解減容化して、その溶液をリサイクルプラントへ輸送し、真空加熱脱揮して有機溶剤を除去回収するとともに、再生スチロールとしてリサイクルするスチロールのリサイクルシステムが提案されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】ところで、上記リサイクルシステムにおいては、発泡スチロールやスチロールキャビネットを溶解した溶剤が再生スチロール中に残留してしまうという問題がある。有機溶剤が再生スチロール中に残留すると、耐熱性、引っ張り強度などを大幅に低下させ、品質を大きく低下させる原因となる。特にエステル系溶剤は、沸点が高く、真空加熱脱揮を行っても溶剤が残留しやすい。ここで、残留溶剤量を低減させるために、加熱温度を高くすると、スチロール樹脂の熱分解を誘発し、材料強度を低下させてしまう。

【0005】また、リサイクル工程においては熱間工程が含まれおり、たとえ真空中において行われてもリサイクルを繰り返すうちに残存酸素の影響で酸化され、再生スチロール樹脂の分子量が減少してしまうという問題がある。分子量が減少すると、引っ張り強度、衝撃強度等が低下するため、品質を大きく低下させる原因となる。

【0006】一方、建材等に使用される難燃剤入り発泡スチロールやテレビジョンキャビネット等を使用される難燃剤入りスチロール樹脂には、1乃至10重量%程度のハロゲン系難燃剤が含有されている。難燃剤を含有するスチロール樹脂を200℃以上に加熱すると、難燃剤が熱分解して酸が発生し、スチロール樹脂の材料強度を大幅に低下させ、再生スチロールの品質を大きく低下させる原因となる。また、難燃剤が熱分解して発生する酸により処理設備が腐食されてしまう。そのため、リサイクル方法として有効な方法は確立されておらず、難燃剤入りスチロール樹脂廃材は、大部分が埋め立て用材料や高炉原料として使用されるか、あるいは焼却処理されているのが現状である。また、難燃剤としては、一般にハロゲン系難燃剤が使用されており、焼却処理におけるダイオキシン類の発生も危惧される。

【0007】本発明は、このような従来の実情に鑑みて提案されたものであり、再生スチロール樹脂中の残留溶剤量を効果的に低減させ、また、リサイクル工程におけるスチロール樹脂の酸化を防止する処理方法を提供し、これにより、高品質な再生スチロール樹脂をリサイクルすることが可能なリサイクル方法を提供することを目的とする。

【0008】また、本発明は、再生スチロール樹脂中の残留難燃剤量を効果的に低減させる処理方法を提供し、これにより、高品質な再生スチロール樹脂をリサイクルすることが可能なリサイクル方法を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は、スチロール樹脂廃材を、常温において15重量%以上の溶解力を有し、かつ沸点が200℃未満である有機溶剤に溶解し、異物除去を施した後、真空加熱脱揮して有機溶剤を除去することによりスチロール樹脂中の残留溶剤量を0.4

重量%以下とし、再生スチロール樹脂としてリサイクルすることを特徴とするものである。

【0010】本発明では、スチロール樹脂廃材を、常温において15重量%以上の溶解力を有し、かつ沸点が200℃未満である有機溶剤に溶解するため、使用する有機溶剤の量が少なくなり、また、作業効率が向上する。そして、スチロール樹脂中の残留溶剤量を0.4重量%以下とすることで、再生スチロール樹脂の耐熱性、引っ張り強度等の材料特性が良好に維持される。

【0011】本発明は、難燃剤入りスチロール樹脂廃材を、常温において15重量%以上の溶解力を有し、かつ沸点が200℃未満である有機溶剤に溶解し、難燃剤の不溶解成分除去を施すことによりスチロール樹脂中の残留難燃剤量を1重量%以下とした後、真空加熱脱揮して有機溶剤を除去することによりスチロール樹脂中の残留溶剤量を0.4重量%以下とし、再生スチロール樹脂としてリサイクルすることを特徴とする。

【0012】本発明では、難燃剤入りスチロール樹脂廃材を常温において15重量%以上の溶解力を有し、かつ沸点が200℃未満である有機溶剤に溶解するため、使用する有機溶剤の量が少なくなり、また、作業効率が向上する。そして、スチロール樹脂中の残留溶剤量を0.4重量%以下とすることで、再生スチロール樹脂の耐熱性、引っ張り強度等の材料特性が良好に維持される。そして、スチロール樹脂中の残留難燃剤量を1%以下とすることで、難燃剤が熱分解した際に発生する酸の量が低減され、再生スチロール樹脂の材料強度に影響を与えることがなくなり、また、処理設備が腐食されることがなくなる。

【0013】

【発明の実施の形態】以下、本発明を適用したリサイクル方法について、図面を参照しながら詳細に説明する。

【0014】まず、スチロール樹脂廃材のリサイクル方法について説明する。

【0015】本発明は、発泡スチロールやスチロールキャビネット等のスチロール樹脂廃材を有機溶剤に溶解減容化して、その溶液をリサイクルプラントへ輸送し、真空加熱脱揮して有機溶剤を除去回収するとともに、再生スチロールとしてリサイクルするスチロール樹脂廃材のリサイクルシステムにおいて、有機溶剤の溶解力及び沸点を規定するとともに、再生スチロール中の残留溶剤量を規定し、高品質な再生スチロールをリサイクルするというものである。

【0016】処理対象は、スチロール樹脂廃材全般であり、発泡スチロール包装材、発泡スチロール魚箱、各種スチロールキャビネット等、その形態や性状は問わない。

【0017】これらスチロール樹脂廃材を、まず、有機溶剤により溶解するが、有機溶剤としては、常温において15重量%以上の溶解力を有し、かつ沸点が200℃

未満である有機溶剤を使用する。

【0018】スチロール樹脂廃材を溶解する有機溶剤として、常温において15重量%以上の溶解力を有する有機溶剤を使用することにより、使用する有機溶剤の量を少なくすることができ、また、真空加熱脱揮工程における作業効率を向上させることができる。

【0019】また、スチロール樹脂廃材を溶解する有機溶剤として、沸点が200℃未満である有機溶剤を使用することにより、真空加熱脱揮工程における作業効率を向上させることができ、更に、スチロール樹脂中の残留溶剤量を確実に低減することができる。

【0020】使用する有機溶剤としては、芳香族系有機溶媒、ケトン系有機溶媒、モノテルペン系有機溶媒等を挙げることができる。そして、環境保全の観点からは、ハロゲンを含まない有機溶媒を使用することが好ましく、具体的にはトルエン、d-リモネン、エチルベンゼン、テトラヒドロフラン、メチルエチルケトン、モノテルペン系溶媒等を挙げることができる。その中でも、d-リモネンは、この用途に好適な有機溶剤である。d-リモネンは、柑橘類の皮から抽出される植物製油であり、食品添加物にも使用されており、安全性、発泡スチロールの溶解性が高く、本発明に用いられる溶剤としては最適である。

【0021】スチロール樹脂中の残留溶剤は、再生スチロール樹脂の耐熱性、引っ張り強度などの材料特性を大幅に低下させ、品質を大きく低下させる原因となる。リサイクルされたスチロール樹脂は、例えば直径3mm、長さ3mm程度の再生スチロールペレットにされる。そして、再生スチロールペレット中の残留溶剤は、ペレットにより製造される製品中にそのまま残留してしまう。そのため、再生スチロールペレットに残留溶剤が多量に存在すると、これを使用して作製した製品の材料特性が低下し、品質が低下してしまう。そこで、スチロール樹脂中の残留溶剤量を規定することが重要となり、スチロール樹脂中の残留溶剤量は、0.4重量%以下とすることが好ましい。スチロール樹脂中の残留溶剤量が0.4重量%よりも多い場合、再生スチロール樹脂の耐熱性、引っ張り強度などの材料特性が大幅に低下し、品質が大きく低下してしまうからである。したがって、スチロール樹脂中の残留溶剤量を0.4重量%以下に規定することにより、良好な材料特性を有する高品質な再生スチロールをリサイクルすることができる。

【0022】スチロール樹脂のリサイクル工程においては、熱間工程が含まれおり、たとえ真空中において行われてもリサイクルを繰り返すとスチロール樹脂は残存酸素の影響で酸化され、再生スチロール樹脂の分子量が減少してしまう。分子量が減少すると、引っ張り強度、衝撃強度等が低下するため、品質を大きく低下させる原因となる。そのため、再生スチロール樹脂の酸化を防止するために熱間工程を実施する前に酸化防止剤をスチロー

ル樹脂を溶解した溶液に添加することが好ましい。これにより、熱間工程においてスチロール樹脂に熱が加わった際、スチロール樹脂が酸化され、分子量が減少することを防止できるからである。

【0023】酸化防止剤としては、リン系、フェノール系及び硫黄系の酸化物が広く用いられているが、真空加熱工程を実施する場合においては、蒸気圧の低い酸化防止剤を使用することが好ましい。具体的にはヒンダードフェノール系酸化防止剤を好適に用いることができる。そして、ヒンダードフェノール系酸化防止剤は、スチロール樹脂廃材重量に対して0.01~0.5重量%添加することが好ましい。更に、ヒンダードフェノール系酸化防止剤は、20℃における蒸気圧が 10^{-7} Pa以下であることが好ましい。これにより、熱間工程が施された場合においてもスチロール樹脂の酸化を防止すること、すなわち、スチロール樹脂分子量の減少を防止することができる。そして、ヒンダードフェノール系酸化防止剤を0.01~0.5重量%添加した場合でも、スチロール樹脂の耐熱性は、低下することなく良好な特性が維持され、高品質なスチロール樹脂をリサイクルすることができる。

【0024】更に、ヒンダードフェノール系酸化防止剤の中でも蒸気圧の低い酸化防止剤は、特に、スチロール樹脂の酸化防止効果が高く、これらを用いることにより更にリサイクル回数を増やすことができる。

【0025】真空加熱脱揮を実施する際の加熱温度は、260℃未満とすることが好ましい。加熱温度を260℃以上とすると、スチロール樹脂の熱分解が生じるため、再生スチロール樹脂の耐熱性、引っ張り強度などの材料特性が大幅に低下し、また、再生スチロール樹脂分子量の減少が激しくなり、品質が大きく低下してしまうからである。したがって、真空加熱脱揮を実施する際の加熱温度を260℃未満とすることで、良好な材料特性が維持され、高品質なスチロール樹脂をリサイクルすることができる。

【0026】図1はスチロール樹脂廃材のリサイクルにおける処理フロー図である。

【0027】このリサイクルシステムにおいては、まず、スチロール樹脂廃材1は粗粉碎及び微粉碎2され、溶解タンク3において有機溶剤に溶解され、均一な組成とされる。

【0028】この均一になった溶液は、60℃程度に加熱された状態でデカンター4で不溶解成分である難燃剤の除去が連続的に行われ、清浄化された溶液は、濾過器5に送り込まれて濾過され、分離器6でスチロール樹脂と溶媒に分離される。

【0029】この分離器6は、例えばボイラー7の熱媒体により約240℃に加熱される。

【0030】この分離されたスチロール樹脂は、ギアポンプ8の駆動により、冷却器9を通して冷却され、ペレ

タイザ10によってペレットとされ、再生ペレット11となって成形工場に搬送され、各種成型品やポリスチレン容器として再利用される。

【0031】一方、上記分離器6で分離された溶媒の蒸気は、コンデンサ12で液化され、再生溶剤用タンク13に再生溶剤（再生リモネン）として回収される。

【0032】次に難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクル方法について説明する。

【0033】本発明は、難燃剤入り発泡スチロールや難燃剤入りスチロールキャビネット等の難燃剤入りスチロール樹脂廃材を有機溶剤に溶解減容化して、難燃剤の除去処理を施した上で、その溶液をリサイクルプラントへ輸送し、真空加熱脱揮して有機溶剤を除去回収するとともに、再生スチロールとしてリサイクルするスチロールのリサイクルシステムにおいて、有機溶剤の溶解力及び沸点を規定するとともに、再生スチロール中の残留溶剤量を規定し、更に再生スチロール中の残留難燃剤量を規定し、高品質な再生スチロールをリサイクルするというものである。

【0034】処理対象は、難燃剤入りスチロール樹脂廃材全般であり、難燃剤入り発泡スチロール包装材、難燃剤入り発泡スチロール魚箱、各種難燃剤入りスチロールキャビネット等、その形態や性状は問わない。

【0035】また、難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクル方法においては、上述したスチロール樹脂廃材のリサイクル方法で説明した事項は全て適用されるが、上述の説明を参照することとして説明を省略する。ここでは、上述されたこと以外の事項について説明する。

【0036】難燃剤入りスチロール樹脂廃材は、有機溶剤に溶解されるが、この時難燃剤入りスチロール樹脂廃材は、1mm程度の大きさに微粉碎されることが好ましい。微粉碎されることにより、有機溶剤への溶解速度を速めることができるからである。

【0037】有機溶剤に難燃剤入りスチロール樹脂廃材が溶解された溶解液は、デカンテーション及び濾過を用いて難燃剤の不溶解成分を除去される。

【0038】難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクルを行う際、難燃剤を数重量%含んだ状態のスチロール樹脂を200℃以上に加熱すると、難燃剤が熱分解して酸が発生する。その結果、再生スチロール樹脂の耐熱性、引っ張り強度などの材料特性を大幅に低下し、品質が大きく低下してしまう。また、難燃剤が熱分解して発生する酸により処理設備が腐食してしまう。したがって、難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクルを行う際は、加熱工程の前に、スチロール樹脂中に含まれる難燃剤を少なくすることが重要となり、スチロール樹脂中の残留難燃剤量は、1重量%以下とすることが好ましい。スチロール樹脂中の残留難燃剤量が1重量%よりも多い場合、上述した酸により再生スチロール樹脂の耐熱性、引っ張り強度などの材料特性が大幅に低下し、品質

が大きく低下してしまうからである。また、上述した酸により処理設備が腐食してしまうからである。したがって、スチロール樹脂中の残留難燃剤量を1重量%以下に規定することにより、再生スチロール樹脂の材料特性を良好に維持することができ、また、処理設備の腐食を防止することができるからである。そして、上述した酸の発生率は、加熱温度が高くなるにつれて顕著になるため、スチロール樹脂の劣化も考慮し、真空加熱脱揮の際の加熱温度は、260℃未満とすることが好ましい。加熱温度を260℃未満とすることで、上述した酸の発生を抑えることができ、再生スチロール樹脂の材料特性及び処理設備への悪影響を防止することができるからである。

【0039】加熱工程、具体的には有機溶剤とスチロール樹脂を分離する真空加熱脱揮工程の前の難燃剤除去処理は、デカンテーションを用いて行うことができる。デカンテーションを用いることにより、難燃剤入りスチロール樹脂廃材を有機溶剤に溶解した際に溶解液中に不溶解成分として存在している難燃剤を除去することができる。ここで、難燃剤と、難燃剤入りスチロール樹脂廃材を溶解する有機溶剤の組み合わせを考慮することにより、難燃剤除去処理後のスチロール樹脂中の残留難燃剤量を低減することができる。すなわち、スチロール樹脂に対する溶解能力に優れるとともに、難燃剤に対する溶解能力の低い有機溶剤を選択することにより、溶解液中に不溶解成分として存在する難燃剤量を多くすることができる。これにより、デカンテーションを用いて難燃剤除去処理を行った際に除去される難燃剤量を多くすることができ、スチロール樹脂中の残留難燃剤量を効果的に低減することができる。

【0040】また、上述した難燃剤除去処理は、遠心分離器を用いても良い。この場合もデカンテーションを行う場合と同様に、難燃剤と、難燃剤入りスチロール樹脂廃材を溶解する有機溶剤の組み合わせを考慮することにより、難燃剤除去処理後のスチロール樹脂中の残留難燃剤量を低減することができる。

【0041】そして、上述した難燃剤除去処理は、難燃剤入りスチロール樹脂廃材を溶解した溶解液に低級アルコールを混合して、スチロール樹脂を沈殿させることにより行っても良い。この場合、スチロール樹脂は、不溶解成分となり沈殿するため、溶解液に溶解している難燃剤と分離することができる。したがって、スチロール樹脂と難燃剤とを効果的に分離し、スチロール樹脂中の残留難燃剤を低減することができる。低級アルコールは、沸点が200℃以下であることが好ましい。沸点が200℃よりも大きい場合、真空加熱脱揮における作業効率が低下し、また、再生スチロール樹脂中への残存の可能性がでてくるためである。また、低級アルコールは、人体への影響や引火性を考慮すると、炭素数が2以上のものが好ましい。そして、その中でも難燃剤とスチロール

樹脂との溶解度差を考慮すると、炭素数が2～5のものがより好ましい。具体的には、エタノール、プロパノール、ブタノール及びペンタノール等が挙げられる。

【0042】更に、上述した難燃剤の除去処理は、デカンテーションもしくは遠心分離を用いて行った後、溶解液に低級アルコールを混合して、スチロール樹脂を沈殿させて行っても良い。これにより、スチロール樹脂と難燃剤とをより確実に分離することができ、再生スチロール樹脂中の残留難燃剤量をより確実に低減することができる。

【0043】図2は難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクルにおける処理フロー図の一例である。

【0044】このリサイクルシステムにおいては、まず、難燃剤入りスチロール樹脂廃材21は粗粉碎及び微粉碎22され、溶解タンクA23において有機溶剤に溶解され、均一な組成とされる。

【0045】この均一になった溶液は、60℃程度に加熱された状態でデカンター24で不溶解成分である難燃剤の除去が連続的に行われ、清浄化された溶液は、分離器25でスチロール樹脂と溶媒に分離される。

【0046】この分離器25は、例えばボイラー26の熱媒体により約240℃に加熱される。

【0047】この分離されたスチロール樹脂は、ギアポンプ27の駆動により、冷却器28を通して冷却され、ペレタイザ29によってペレットとされ、再生ペレット30となって成形工場に搬送され、各種成型品やポリスチレン容器として再利用される。

【0048】一方、上記分離器25で分離された溶剤の蒸気は、コンデンサ31で液化され、再生リモネン用タンク32に再生溶剤（再生リモネン）として回収される。

【0049】また、上記溶解タンクA23において有機溶剤に溶解され、均一になった溶液は、溶解タンクBに移され、低級アルコールを混合されても良い。この場合、スチロール樹脂沈殿物33が不溶解成分として生成することにより、スチロール樹脂と溶媒とに分離される。

【0050】この分離されたスチロール樹脂沈殿物33は、分離器25を送り込まれ、上記と同様の工程でリサイクルされる。

【0051】また、分離されたスチロール樹脂沈殿物33は、真空加熱式押し出し機34に送られ、糸状に押し出され、冷却器28に送り込まれても良い。

【0052】更に、上記デカンター24で清浄化された溶液は、溶解タンクBに送り込まれ、上記と同様の工程でリサイクルされても良い。

【0053】

【実施例】以下、本発明を適用した具体的な実験例について、実験結果を基に説明する。

【0054】まず、実験例1乃至実験例7にスチロール樹脂廃材のリサイクル方法の実験例を示す。

【0055】実験例1

10 各種有機溶剤のスチロール樹脂の溶解性を調べた。家電店から回収したTV用発泡スチロール包装廃材を、トルエン（沸点：101℃）、メチルエチルケトン（沸点：80℃）、エチルベンゼン（沸点：136℃）、テトラヒドロフラン（沸点：65℃）、d-リモネン（沸点：175℃）、ジペンテン（沸点：170～180℃）に対して、室温（20℃）において15重量%ずつ溶解した。

20 【0056】その結果、いずれの有機溶剤も良好な溶解性を示し、特にトルエン、エチルベンゼン、d-リモネン及びジペンテンは、30重量%以上の溶解能力を有することがわかった。

【0057】次に、トルエン及びd-リモネンに発泡スチロールを30重量%溶解した溶液を、真空加熱脱揮装置（商品名：ハイビスカスエバポレータ、三井造船社製）を有するリサイクル実験プラントにおいて脱揮処理し、再生スチロールペレットを作製した。

【0058】真空加熱脱揮は、下記の条件において行った。

【0059】真空加熱脱揮条件

30 真空チャンバ内の気相温度：240℃

熱媒体温度：250℃

真空度：30 Torr

溶液供給流量：50リットル/分

その結果、再生スチロールペレット中の残留溶剤量は、いずれの場合も0.1重量%以下であった。また、再生スチロールペレットの分子量の減少率はいずれの場合も5%以下であった。そして、上記において有機溶剤としてd-リモネンを使用して作製した再生スチロールペレットの機械的特性として、引っ張り強度、曲げ強度、衝撃強度及び軟化点を測定した。その結果を表1に示す。

【0060】

【表1】

	リサイクル後	新品樹脂
引っ張り強度 (kg/cm ²)	473	479
曲げ強度 (kg/cm ²)	710	720
衝撃強度 (kgfcm/cm)	0.8	0.7
軟化点 (℃)	103.4	103.5

【0061】表1より、再生スチロールペレットの引っ張り強度、曲げ強度、衝撃強度及び軟化点は、いずれも

新品のステロール樹脂と同等の特性を有し、品質が低下していないことがわかった。

【0062】実験例2

再生ステロールペレット中の残留溶剂量による再生ステロールペレットの耐熱性の変化を調べた。

【0063】 α -リモネンに発泡ステロールを30重量%溶解した溶液を作製し、実験例1と同様に再生ステロールペレットを作製した。その際、真空チャンバ内の真空度を変化させることにより、再生ステロールペレット中の残留溶剂量を0.0~1.1%の範囲において

変化させ、7種類の再生ステロールペレットを作製し、それぞれの耐熱性を調べた。

【0064】耐熱性の評価は、耐熱性の指標であるガラス転移温度 T_g を測定することにより行った。

【0065】その結果を図3に示す。なお、ガラス転移温度 T_g は、1つのサンプルに対して、2回もしくは3回測定している。

【0066】図3より、再生ステロールペレット中の残留溶剂量が0.4%を超えると、ガラス転移温度 T_g は大きく低下することがわかった。すなわち、再生ステロールペレット中の残留溶剂量が0.4%を超えると、再生ステロールペレットの耐熱性は大きく低下することがわかった。このことより、再生ステロールペレット中の残留溶剂量を0.4%以下に規定することにより、耐熱性に優れた再生ステロールペレットをリサイクルできることがわかった。

【0067】実験例3

実験例2と同様に、再生ステロールペレット中の残留溶剂量によるステロールペレットの耐熱性を調べた。

【0068】 α -リモネンに、TVキャビネットに使用されているハイインパクトポリスチレンを30重量%溶解した溶液を作製し、実験例1と同様に再生ステロールペレットを作製した。その際、真空チャンバ内の真空度を変化させることにより、再生ステロールペレット中の残留溶剂量を0.045~0.6%の範囲において変化させ、5種類の再生ステロールペレットを作製し、それぞれの耐熱性を調べた。

【0069】耐熱性の評価は、実験例2と同様にガラス

転移温度 T_g を測定することにより行った。その結果を図4に示す。

【0070】図4より、再生ステロールペレット中の残留溶剂量が0.4%を超えると、ガラス転移温度 T_g は大きく低下することがわかった。すなわち、再生ステロールペレット中の残留溶剂量が0.4%を超えると、再生ステロールペレットの耐熱性は大きく低下することがわかった。このことより、再生ステロールペレット中の残留溶剂量を0.4%以下に規定することにより、耐熱性に優れた再生ステロールペレットをリサイクルできることがわかった。

【0071】実験例4

ヒンダードフェノール系酸化防止剤の効果を調べた。

【0072】 α -リモネンに、ポリスチレン（商品名：PS685、旭化成（株）社製）を30重量%溶解した溶液を作製し、ヒンダードフェノール系酸化防止剤をポリスチレン重量に対して、0.1重量%、0.2重量%及び0.5重量%添加し、各溶液を230℃で1時間、空気中において加熱して試料を作製した。ヒンダードフェノール系酸化防止剤は、下記の5種類のものを使用した。

【0073】

IRGANOX 245（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社製、蒸気圧： 10^{-8} Pa）

IRGANOX 1010（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社製、蒸気圧： 10^{-10} Pa）

IRGANOX 1076（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社製、蒸気圧： 10^{-7} Pa）

IRGANOX 1330（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社製、蒸気圧： 10^{-12} Pa）

IRGANOX 3114（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社製、蒸気圧： 7×10^{-13} Pa）

上記において作製した各試料の分子量を、ゲル透過クロマトグラフィー（GPC：Gel Permeation Chromatography、以下GPCと称する。）により測定した。その結果を表2に示す。

【0074】

【表2】

名称と添加量	加熱条件	酸化防止剤		分子量	分子量減少率
		名称	蒸気圧		
PS685のみ	加熱なし	—	—	24.5E+04	—
PS685のみ	230℃-1Hr	—	—	4.8E+04	80%
0.10%	230℃-1Hr	IRGANOX 245	10 ⁻⁸ Pa	7.4E+04	70%
0.10%	230℃-1Hr	1010	10 ⁻¹⁰ Pa	7.8E+04	68%
0.10%	230℃-1Hr	1076	10 ⁻⁷ Pa	13.9E+04	43%
0.10%	230℃-1Hr	1330	10 ⁻¹² Pa	16.9E+04	31%
0.10%	230℃-1Hr	3114	10 ⁻¹³ Pa	16.3E+04	33%
0.20%	230℃-1Hr	IRGANOX 245	10 ⁻⁸ Pa	15.0E+04	39%
0.20%	230℃-1Hr	1010	10 ⁻¹⁰ Pa	14.0E+04	43%
0.20%	230℃-1Hr	1076	10 ⁻⁷ Pa	19.5E+04	20%
0.20%	230℃-1Hr	1330	10 ⁻¹² Pa	23.6E+04	4%
0.20%	230℃-1Hr	3114	10 ⁻¹³ Pa	18.9E+04	23%
0.50%	230℃-1Hr	IRGANOX 245	10 ⁻⁸ Pa	20.1E+04	18%
0.50%	230℃-1Hr	1010	10 ⁻¹⁰ Pa	21.4E+04	13%
0.50%	230℃-1Hr	1076	10 ⁻⁷ Pa	18.2E+04	26%
0.50%	230℃-1Hr	1330	10 ⁻¹² Pa	23.1E+04	6%
0.50%	230℃-1Hr	3114	10 ⁻¹³ Pa	20.8E+04	15%

【0075】表2より、ヒンダードフェノール系酸化防止剤を添加せずに加熱した試料は、加熱後、ポリスチレンの分子量が80%減少している。それに対して、ヒン
 20 ダーデフェノール系酸化防止剤を0.1重量%添加した場合は、ポリスチレンの分子量の減少率は、30~70%に抑制されている。また、ヒンダードフェノール系酸化防止剤を0.2重量%添加した場合は、ポリスチレンの分子量の減少率は、4~43重量%に抑制されている。そして、ヒンダードフェノール系酸化防止剤を0.5重量%添加した場合は、ポリスチレンの分子量の減少率は、6~26%に抑制されている。また、蒸気圧が10⁻¹² Pa以下であるIRGANOX 1330及びIR
 30 GANOX 3114は、ポリスチレンの分子量減少防止の効果の高いことがわかった。このことより、ヒンダードフェノール系酸化防止剤をポリスチレン重量に対して0.5重量%以下の範囲で添加することにより、ポリスチレンの分子量の減少を防止することができる、すなわち、ポリスチレンの酸化を防止できることがわかった。

【0076】また、上記の試料のガラス転移温度を測定したところ、新品ポリスチレンと同等の結果が得られた。このことより、ヒンダードフェノール系酸化防止剤をポリスチレン重量に対して、0.5重量%まで添加し
 40 ても、ポリスチレンの耐熱性は、低下しないことがわかった。

【0077】次に、ポリスチレン樹脂としてポリスチレン（商品名：PS685、旭化成（株）社製）、有機溶剤としてd-リモネンを使用し、ポリスチレンを溶解した溶液にヒンダードフェノール系酸化防止剤IRGANOX 1330をリサイクル1回ごとにポリスチレン重量
 50 に対して0.1重量%添加すること以外は実施例1と同様にして10回リサイクルを行った。その結果、ポリスチレン分子量の減少率は、10%以下であった。このことより、蒸気圧の低いヒンダードフェノール系酸化防止

剤IRGANOX 1330を使用することにより、更に、リサイクル回数を増やすことができ、より資源の有効活用ができることがわかった。

【0078】実験例5

ポリスチレン樹脂としてポリスチレン（商品名：PS685、旭化成（株）社製）、有機溶媒としてトルエン（芳香族系有機溶媒）、メチルエチルケトン（ケトン系有機溶媒）、テトラヒドラフラン（エーテル系溶媒）、ピネン、ジペンテン（テルペン系有機溶媒）及び上記溶媒の混合溶液、酸化防止剤としてヒンダードフェノール系酸化防止剤IRGANOX 1330を使用したこと以外
 50 は、実験例4と同様にポリスチレンのリサイクルを行った。その結果、リサイクル10回後のポリスチレンの分子量の減少率は、いずれも20%以下であった。このことより、上記の有機溶媒を使用してポリスチレンのリサイクルを行った場合においても、ヒンダードフェノール系酸化防止剤IRGANOX 1330を添加することにより、添加しない場合に比べ、リサイクル後のポリスチレンの分子量の減少を防止できることが確認された。

【0079】実験例6

家電店から回収した発泡スチロール廃材を、DBEエステル（沸点：210~225℃）、ジメチルサッシネート（沸点：200℃）及びアジピン酸ジメチル（沸点：約230℃）に対して室温（20℃）において20重量%溶解した溶液を作製し、実験例1と同様にして再生スチロールペレットを作製した。

【0080】その結果、上記いずれの有機溶剤を使用した場合においても、再生スチロールペレット中には残留溶剂量が0.6重量%から1重量%残留し、ガラス転移温度T_gは、約30℃低下した。

【0081】更に、残留溶剂量を低下させるために、真空加熱脱揮の加熱温度を260℃に上げて脱揮を行った。その結果、再生スチロールペレット中の残留溶剂量

は0.4重量%以下にはならなかった。そして、真空加熱脱揮の加熱温度を260℃に上げると、再生スチロールペレットは、熱分解が発生し、分子量が10%減少し、また、黄色に色が変化した。

【0082】したがって、再生スチロールペレットの特性を維持するためには真空加熱脱揮の加熱温度は260℃未満とする必要のあること、有機溶剤は沸点が200℃未満のものを選択する必要があることがわかった。

【0083】実験例7

ポリスチレン樹脂としてポリスチレン（商品名：PS685、旭化成（株）社製）、有機溶剤としてd-リモネンを使用し、ポリスチレンを溶解した溶液に蒸気圧が 10^{-6} Pa以上のリン系酸化防止剤及び、硫黄系酸化防止剤をポリスチレン重量に対して、0.1重量%、0.2重量%及び0.5重量%添加したこと以外は、実験例1と同様にして再生スチロールペレットを作製した。リン系酸化防止剤及び、硫黄系酸化防止剤は、下記の3種類のものを使用した。

【0084】

IRGANOX 1425（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社製、リン系、蒸気圧： 10^{-2} Pa）

IRGAFOS 168（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社製、リン系、蒸気圧： 10^{-2} Pa）

IRGANOX PS800（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社製、硫黄系、蒸気圧： 10^{-6} Pa）

上記において作製した各試料の分子量を、GPCにより測定した。その結果、いずれの酸化防止剤使用した場合もポリスチレンの分子量の減少率は、30～60%であった。このことより、蒸気圧が 10^{-6} Pa以上のリン系酸化防止剤及び、硫黄系酸化防止剤は、真空加熱工程を実施する場合においては、ほとんど酸化防止効果が得られないことがわかった。

【0085】次に、実験例8乃至実験例15に難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクル方法の実験例を示す。

【0086】実験例8

各種有機溶剤の難燃剤入りスチロール樹脂の溶解性を調べた。デカブロモジフェニルエーテル（臭素系難燃剤）を10重量%含有したTVキャビネット廃材である難燃剤入りスチロール樹脂廃材を、トルエン（沸点：101℃）、メチルエチルケトン（沸点：80℃）、エチルベンゼン（沸点：136℃）、テトラヒドロフラン（沸点：65℃）、d-リモネン（沸点：175℃）、ジペンテン（沸点：170～180℃）に対して室温（20℃）において30重量%ずつ溶解した。その結果、いずれの有機溶剤も20重量%以上の良好な溶解性を示し、特に、トルエン、エチルベンゼン、d-リモネン、ジペンテンは30重量%以上の良好な溶解能力を示した。

【0087】次に、上記の難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクルを行った。

【0088】まず、デカブロモジフェニルエーテル（臭素系難燃剤）を10重量%含有したTVキャビネット廃材である難燃剤入りスチロール樹脂廃材を1cm程度に粗粉碎した。更に、有機溶剤への溶解速度を向上させるために、メッシュミル（ホーライ（株）製）により微粉碎した。

【0089】次に、微粉碎した難燃剤入りスチロール樹脂廃材を、トルエン、d-リモネン及びジペンテンに対して30重量%となるように、攪拌機、温度調整機能付き溶解タンク（三菱化工機（株）製）を用いて溶解して、溶解液を作製した。

【0090】次に、溶解液を60℃の状態、分離板付きデカンターセントリフュージ（三菱化工機（株）製DZ20V型デカンター、遠心力：3500G）を用いて遠心分離により、不溶解成分である臭素系難燃剤等を連続的に除去した。

【0091】次に、難燃剤を除去した溶解液をバックフィルタ（孔径：約100ミクロン）に通した後、真空加熱脱揮装置（商品名：ハイビスカスエバポレータ、三井造船（株）製）を有するリサイクル実験プラントにおいて脱揮処理し、再生スチロールペレットを作製した。真空加熱脱揮は、下記の条件において行った。

【0092】真空加熱脱揮条件

真空チャンバ内の気相温度：240℃

熱媒体温度：250℃

真空度：30 Torr

溶液供給流量：50リットル/分

その結果、再生スチロールペレット中の残留溶剤量は、いずれの場合も0.1重量%以下であった。また、再生スチロールペレット中の残留難燃剤量は、トルエンの場合は1.5重量%、d-リモネンの場合は1重量%、ジペンテンの場合は1重量%であった。また、再生スチロールペレットの分子量の減少率は、トルエンの場合は15%以内、d-リモネンの場合は10%以内、ジペンテンの場合は10%以内であった。そして、機械的特性として、引っ張り強度、曲げ強度、衝撃強度及び軟化点を測定したが、衝撃強度が新品材料と比べて約10%低下した以外は、新品材料と同等の特性を有し、品質が低下していないことがわかった。図5にd-リモネンの場合の再生スチロールペレット中の残留難燃剤量と、分子量及び衝撃強度との関係を示す。図5より、再生スチロールペレット中の残留難燃剤量が1重量%以内であれば、分子量減少率は10%以内となり、衝撃強度の減少率も10%以内となる。しかし、残留難燃剤量が1重量%を超え、1.5重量%になると、衝撃強度の減少率は大きくなる。これは、主として難燃剤中に含まれるハロゲン成分によるゴム成分などの分解が顕著になるためと考えられる。したがって、再生スチロール樹脂の材料特性を良好に維持するためには、再生スチロールペレット中の残留難燃剤量を1重量%以内に抑えることが必要である

ことがわかった。

【0093】実験例9

再生スチロールペレット中の残留溶剂量による再生スチロールペレットの耐熱性の変化を調べた。

【0094】d-リモネンに実験例8で用いた難燃剤入りスチロール樹脂廃材を30重量%溶解した溶液を作製し、実験例8と同様にして再生スチロールペレットを作製した。その際、真空チャンバ内の真空度を変化させることにより、再生スチロールペレット中の残留溶剂量を0.045重量%、0.1重量%、0.15重量%、0.35重量%、0.4重量%、0.45重量%、0.5重量%、0.6重量%に調整し、8種類の再生スチロールペレットを作製してそれぞれの耐熱性を調べた。

【0095】耐熱性の評価は、耐熱性の指標であるガラス転移温度 T_g を測定することにより行った。

【0096】その結果、再生スチロールペレット中の残留溶剂量が0.045重量%、0.1重量%、0.15重量%、0.35重量%及び0.4重量%の場合においては、新品材料とほぼ同等のガラス転移温度を示し、再生スチロールペレットの耐熱性は、良好に維持されていることがわかった。それに対して、再生スチロールペレット中の残留溶剂量が0.6重量%の場合のガラス転移温度は、新品材料に比べて約10℃低下し、再生スチロールペレットの耐熱性が低下していることがわかった。このことより、再生スチロールペレットの耐熱性を良好に維持するためには、再生スチロールペレット中の残留溶剂量を0.4重量%以下に規定することが必要であることがわかった。

【0097】実験例10

デカブロモジフェニルエーテル（臭素系難燃剤）を10重量%含有したTVキャビネット廃材である難燃剤入りスチロール樹脂廃材を1cm程度に粗粉碎した。更に、有機溶剤への溶解速度を向上させるために、メッシュミル（ホーライ（株）製）により微粉碎した。

【0098】次に、微粉碎した難燃剤入りスチロール樹脂廃材を、d-リモネンに対して20重量%となるように、攪拌機、温度調整機能付き溶解タンク（三菱化工機（株）社製）を用いて溶解して、溶解液を作製した。

【0099】次に、溶解液を60℃の状態、分離板付きデカンターセントリフュージ（三菱化工機（株）製DZ20V型デカンター、遠心力：3500G）を用いて遠心分離により、不溶解成分である臭素系難燃剤等を連続的に除去した。遠心分離を施された溶解液を乾燥させたところ、乾燥後の難燃剤入りスチロール樹脂中の残留難燃剤量は、約1重量%であった。

【0100】次に、臭素系難燃剤除去を施された溶解液を4個の溶解タンクに入れ、エタノール、イソプロピルアルコール、ブタノール及びペンタノールを溶解液の量に対して30体積%混合し、スチロール樹脂成分を沈殿させた。そして、ゲル状となっているスチロール樹脂沈

殿物を真空加熱脱揮装置（商品名：ハイビスカスエバポレータ、三井造船（株）製）を有するリサイクル実験プラントにおいて脱揮処理し、再生スチロールペレットを作製した。真空加熱脱揮は、下記の条件において行った。

【0101】真空加熱脱揮条件

真空チャンバ内の気相温度：240℃

熱媒体温度：250℃

真空度：30 Torr

沈殿物供給量：50リットル/h

その結果、難燃剤除去率は、混合した低級アルコールにより異なり、エタノール及びイソプロピルアルコールを混合した場合は、それぞれ80%、ブタノール及びペンタノールを混合した場合は、それぞれ90%であった。そして、再生スチロールペレット中の残留難燃剤量は、いずれの場合も0.1~0.2重量%に低減できた。また、スチロール樹脂の収率は60%であった。これにより、低級アルコールを混合することによる難燃剤除去効果が確認できた。そして、その中でも、ブタノール及びペンタノールは難燃剤除去効果の高いことがわかった。

【0102】再生スチロールペレット中の残留溶剂量は、いずれの場合も0.1重量%以下であった。再生スチロール樹脂の分子量の減少率は、いずれの場合も5%以下であった。機械的特性として、引っ張り強度、曲げ強度、衝撃強度及び軟化点を測定したところ、いずれの特性も全ての場合において新品材料と同等であった。このことより、スチロール樹脂を有機溶剤に溶解した溶解液に低級アルコールを混合して難燃剤除去処理を行った場合においても新品材料と同等の材料特性を有する再生スチロール樹脂をリサイクルできることが確認された。

【0103】実験例11

実験例10で得られたスチロール樹脂のもち状の沈殿物を、真空加熱が可能な1軸スクリュウ押し出し機を有するリサイクル実験プラントにおいて脱揮処理し、再生スチロールペレットを作製した。真空加熱脱揮は、下記の条件において行った。

【0104】真空加熱脱揮条件

熱媒体温度：250℃

真空度：30 Torr

沈殿物供給量：50Kg/h

その結果、再生スチロールペレット中の残留溶剂量は、いずれの場合も0.4重量%以下であった。また、再生スチロールペレットの分子量の減少率は、いずれの場合も5%以下であった。そして、機械的特性として、引っ張り強度、曲げ強度、衝撃強度及び軟化点を測定したところ、いずれの場合も新品材料と同等の特性を有し、品質が良好に維持されていることがわかった。このことより、低級アルコールを添加することにより沈殿したスチロール樹脂沈殿物がもち状に固まっている場合は、真空

加熱脱揮装置及びギアポンプを使用しなくても、真空加熱が可能なスクリー押し出し機により有機溶剤の脱揮及びスチロール樹脂の押し出しが可能であることがわかった。

【0105】実験例12

実験例10と同様にして、デカブロモジフェニルエーテル（臭素系難燃剤）を10重量%含有したTVキャビネット廃材である難燃剤入りスチロール樹脂廃材をd-リモネンに対して15重量%溶解した溶解液を作製した。

【0106】次に、溶解液を室温で、遠心分離機

（株）クボタ製、マイクロミニ遠心機、遠心力：10000G）を用いて不溶解成分である臭素系難燃剤等を連続的に除去した。遠心分離を施された溶解液を乾燥させたところ、乾燥後の難燃剤入りスチロール樹脂中の残留難燃剤量は、約1重量%であった。

【0107】次に、臭素系難燃剤除去を施された溶解液を3個の溶解タンクに入れ、イソプロピルアルコール、ブタノール及びペンタノールを溶解液の量に対して50体積%混合し、スチロール樹脂成分を沈殿させた。そして、ゲル状となっているスチロール樹脂沈殿物を真空加熱脱揮装置（商品名：ハイビスカスエバポレータ、三井造船（株）製）を有するリサイクル実験プラントにおいて脱揮処理し、再生スチロールペレットを作製した。真空加熱脱揮は、下記の条件において行った。

【0108】真空加熱脱揮条件

真空チャンバ内の気相温度：240℃

熱媒体温度：250℃

真空度：30 Torr

沈殿物供給量：50リットル/h

その結果、難燃剤除去率は、混合した低級アルコールにより異なり、イソプロピルアルコールを混合した場合は、80%、ブタノール及びペンタノールを混合した場合は、それぞれ70%であった。そして、再生スチロールペレット中の残留難燃剤量は、いずれの場合も0.3重量%に低減できた。また、スチロール樹脂の収率は95%に向上した。これにより、低級アルコールを混合することによる難燃剤除去効果が確認できた。そして、低級アルコールの混合量を50体積%に増やすことによる難燃剤の除去効果及びスチロール樹脂の収率が向上することがわかった。

【0109】再生スチロールペレット中の残留溶剂量は、いずれの場合も0.1重量%であった。再生スチロール樹脂の分子量の減少率は、いずれの場合も5%以下であった。機械的特性として、引っ張り強度、曲げ強度、衝撃強度及び軟化点を測定したところ、いずれの特性も全ての場合において新品材料と同等であった。このことより、スチロール樹脂を有機溶剤に溶解した溶解液に低級アルコールを混合して難燃剤除去処理を行った場合においても新品材料と同等の材料特性を有する再生スチロール樹脂をリサイクルできることが確認された。

【0110】実験例13

ヘキサブロモシクロドデカン（臭素系難燃剤）を2重量%含んだ建材用難燃剤入り発泡スチロール廃材を約220℃に加熱された一軸押し出し機に装入し、再生スチロールペレットとした。その結果、加熱時に酸素による酸化及び臭素系難燃剤の分解物に起因するスチロール樹脂の分解が生じたため、再生スチロールペレットの分子量は約40%減少し、ガラス転移温度の低下が約10℃となり、耐熱性が低下した。また、機械的特性は、引っ張り強度が20%、衝撃強度が約30%低下した。このことより、加熱は、真空中において行う必要があること、及び難燃剤入り発泡スチロール廃材をリサイクルする際は、難燃剤を除去する必要があることがわかった。

【0111】実験例14

デカブロモジフェニルエーテル（臭素系難燃剤）を10重量%含んだTVキャビネット廃材である難燃剤入りスチロール樹脂廃材を1cm程度に粗粉碎した。更に、有機溶剤への溶解速度を向上させるために、メッシュミル（ホーライ（株）製）により微粉碎した。

【0112】次に、微粉碎した難燃剤入りスチロール樹脂廃材を、DBEエステル（沸点：210～225℃）に対して20重量%となるように、攪拌機、温度調整機能付き溶解タンク（三菱化工機（株）製）を用いて溶解して、溶解液を作製した。

【0113】そして、難燃剤を除去しないこと以外は、実験例8と同様にして再生スチロールペレットを作製した。

【0114】その結果、再生スチロールペレット中の残留溶剂量は、0.6重量%以下であり、ガラス転移温度は、約30℃低下した。

【0115】更に、残留溶剂量を低下させるために、真空加熱脱揮の加熱温度を260℃に上げて脱揮を行った。その結果、再生スチロールペレット中の残留溶剂量は0.4重量%以下にはならなかった。そして、真空加熱脱揮の加熱温度を260℃に上げると、難燃剤の熱分解、スチロール樹脂の劣化が激しくなり、分子量が約30%減少し、また、濃黄色に色が変化した。このことより、再生スチロールペレットの特性を維持するためには真空加熱脱揮の加熱温度は260℃未満とすること、有機溶剤は沸点が200℃未満のものを選択する必要があること、及び難燃剤入りスチロール樹脂をリサイクルするためには難燃剤を除去する必要があることがわかった。

【0116】実験例15

ヘキサブロモシクロドデカン（臭素系難燃剤）を5重量%含んだ建材用難燃剤入り発泡スチロール廃材を1cm程度に粗粉碎した。更に、有機溶剤への溶解速度を向上させるために、メッシュミル（ホーライ（株）製）により微粉碎した。

【0117】次に、微粉碎した難燃剤入りスチロール樹

脂廃材を、d-リモネンに対して30重量%となるように、攪拌機、温度調整機能付き溶解タンク（三菱化工機（株）製）を用いて溶解して、溶解液を作製した。

【0118】そして、難燃剤を除去しないこと以外は、実験例8と同様にして再生スチロールペレットを作製した。

【0119】その結果、再生スチロールペレット中の残留溶剂量は、0.1重量%以下であったが、臭素系難燃剤の分解物に起因するスチロール樹脂の分子量の減少率は、約20%であった。また、スチロール樹脂中に不純物が約2%生成し、ガラス転移温度、すなわち、耐熱性は10℃低下し、衝撃強度は約30%低下した。このことより、再生スチロールペレットの特性を維持して難燃剤入り発泡スチロールをリサイクルするためには難燃剤を除去する必要があることがわかった。

【0120】

【発明の効果】以上の説明からも明らかなように、本発明によれば、スチロール樹脂廃材を、常温において15重量%以上の溶解力を有し、かつ沸点が200℃未満である有機溶剤に溶解するため、使用する有機溶剤の量が少なくなり、また、作業効率が向上する。そして、スチロール樹脂中の残留溶剂量を0.4重量%以下とすることで、耐熱性、引っ張り強度等の材料特性を良好に維持することが可能である。これにより、高品質な再生スチロールをリサイクルすることが可能である。

【0121】また、本発明によれば、難燃剤入りスチロール樹脂廃材を常温において15重量%以上の溶解力を有し、かつ沸点が200℃未満である有機溶剤に溶解するため、使用する有機溶剤の量が少なくなり、また、作

業効率が向上する。そして、スチロール樹脂中の残留溶剂量を0.4重量%以下とすることで、耐熱性、引っ張り強度等の材料特性を良好に維持することが可能である。そして、スチロール樹脂中の残留難燃剤量を1%以下とすることで、難燃剤が熱分解した際に発生する酸の量を低減することが可能であり、これにより再生スチロール樹脂の材料強度及び処理設備に対する悪影響をなくすることが可能である。

【0122】したがって、再生スチロール樹脂及び難燃剤入りスチロール樹脂の付加価値、用途を拡大することができ、廃棄物低減、省資源、省エネルギー等、環境保全への効果は多大である。

【0123】以上、実験例を挙げて説明したが、本発明は上記の例に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲において適宜変更可能である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係るスチロール樹脂廃材のリサイクル方法の一例のフロー図である。

【図2】本発明に係る難燃剤入りスチロール樹脂廃材のリサイクル方法の一例のフロー図である。

【図3】再生スチロール樹脂中の残留リモネン量とガラス転移温度との関係を示した特性図である。

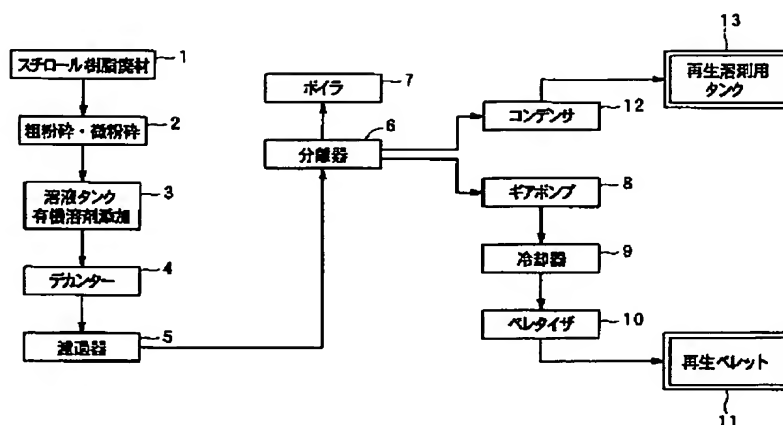
【図4】再生スチロール樹脂中の残留リモネン量とガラス転移温度との関係を示した特性図である。

【図5】再生スチロール樹脂中の残留難燃剤量と、分子量及び衝撃強度との関係を示した特性図である。

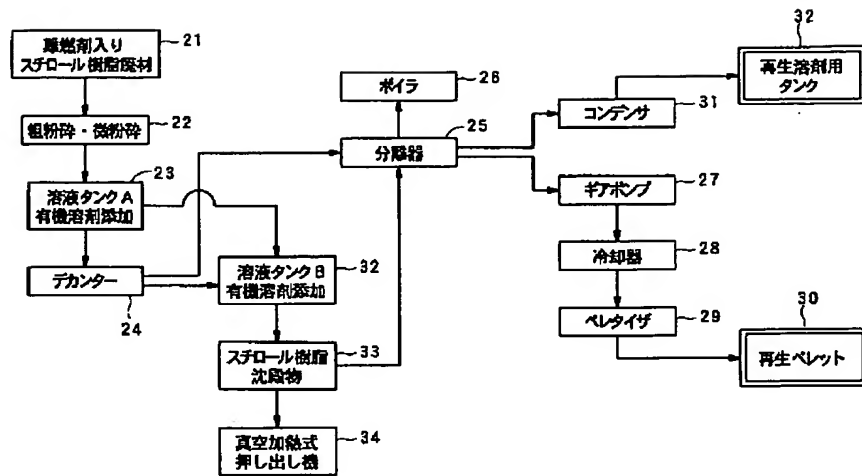
【符号の説明】

1 スチロール樹脂廃材、11 再生ペレット、21 難燃剤入りスチロール樹脂廃材、30 再生ペレット

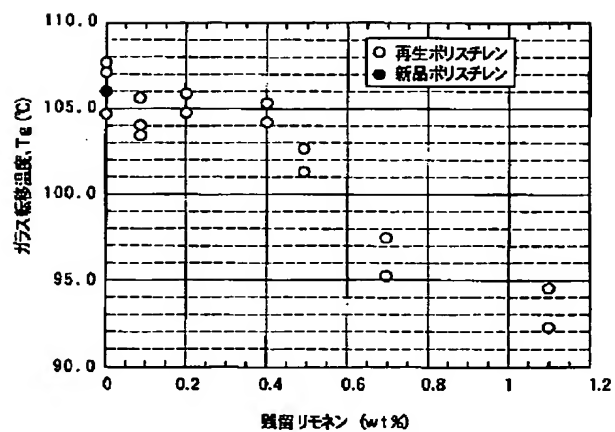
【図1】



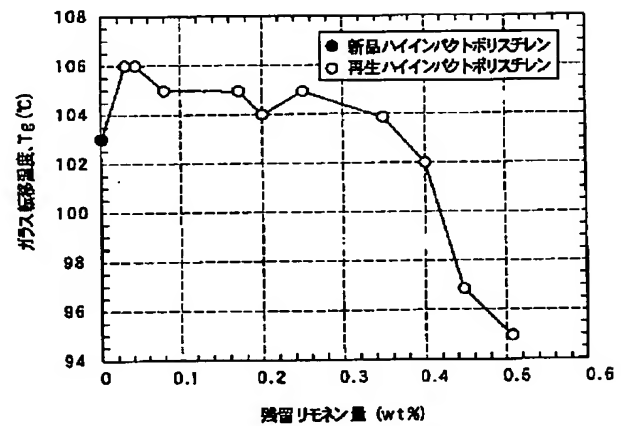
【図2】



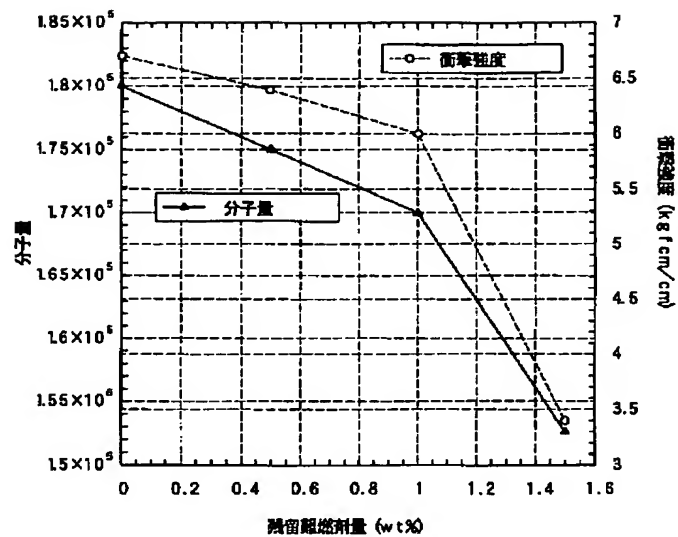
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 亀井 美幸
東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニ
一株式会社内

Fターム(参考) 4F301 AA15 AB01 AD02 BA21 BD03
BE36 BF10 BF31 CA03 CA04
CA09 CA13 CA15 CA72 CA73
4H029 CA00 CA16 DA00

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.